

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-208127

(43)Date of publication of application : 28.07.2002

(51)Int.Cl.

G11B 5/65  
 C23C 14/14  
 G11B 5/66  
 G11B 5/673  
 G11B 5/851  
 H01F 10/08  
 // H01F 10/16

(21)Application number : 2001-001928

(71)Applicant : FUJII ELECTRIC CO LTD

(22)Date of filing : 09.01.2001

(72)Inventor : OIKAWA TADAAKI  
 UWAZUMI HIROYUKI  
 SHIMIZU TAKAHIRO  
 TAKIZAWA NAOKI

(30)Priority

Priority number : 2000342485

Priority date : 09.11.2000

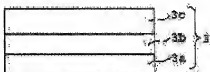
Priority country : JP

## (54) MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND MANUFACTURING METHOD THEREFOR

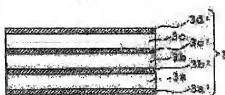
(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a magnetic recording medium having a granular magnetic layer, that attains very high  $H_c$  necessary for the higher density of magnetic recording, reduces a large amount of Pt required for attaining the high  $H_c$  and reduces medium noise caused by the higher density.

SOLUTION: The magnetic recording medium is formed by successively laminating at least a non-magnetic base layer, a magnetic layer, a protective layer and a liquid lubricant layer on a non-magnetic substrate. The magnetic layer has a laminated structure formed by laminating two or more layers of magnetic layer components consisting of ferromagnetic grains and non-magnetic grain boundaries enclosing the grains.



(a)



(b)

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

15.11.2006

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the  
 examiner's decision of rejection or application  
 converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of  
 rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision  
of rejection]

[Date of extinction of right]

## \* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

## CLAIMS

## [Claim(s)]

[Claim 1] It is the magneto-recording medium characterized by being the laminated structure which carried out the laminating of the magnetic layer component which consists of crystal grain with which it is the magneto-recording medium by which the laminating of a nonmagnetic substrate layer, a magnetic layer, a protective coat, and the fluid lubrication agent layer was carried out one by one at least on the nonmagnetic substrate, and said magnetic layer has ferromagnetism, and a nonmagnetic grain boundary which surround it more than two-layer.

[Claim 2] The magneto-recording medium according to claim 1 characterized by the presentations of each magnetic layer component in said magnetic layer differing.

[Claim 3] It is the magneto-recording medium by which the laminating of a nonmagnetic substrate layer, a magnetic layer, a protective coat, and the fluid lubrication agent layer was carried out one by one at least on the nonmagnetic substrate. Said magnetic layer It is the magneto-recording medium by which said magnetic layer component and said oxidizing zone are characterized by carrying out the laminating by turns so that the top layer and the bottom layer may turn into an oxidizing zone by more than two-layer and an oxidizing zone consisting [ the magnetic layer component which consists of crystal grain which has ferromagnetism, and a nonmagnetic grain boundary which surround it ] of three or more layers.

[Claim 4] The nonmagnetic grain boundary in said magnetic layer component is a magneto-recording medium given in either of claims 1-3 characterized by being the oxide or nitride of at least one element chosen from the group which consists of Cr, Co, Si, aluminum, Ti, Ta, Hf, and Zr.

[Claim 5] Said nonmagnetic substrate layer is a magneto-recording medium given in either of claims 1-4 characterized by consisting of Cr or a Cr alloy.

[Claim 6] Said nonmagnetic substrate is a magneto-recording medium given in either of claims 1-5 characterized by being crystallization glass, chemically strengthened glass, or plastics.

[Claim 7] The process which is the manufacture approach of a magneto-recording medium that the laminating of a nonmagnetic substrate layer, a magnetic layer, a protective coat, and the fluid lubrication agent layer was carried out one by one at least on the nonmagnetic substrate, and carries out the laminating of the nonmagnetic substrate layer on (1) nonmagnetic substrate, (2) by preparing the two or more layers magnetic layer component which consists of crystal grain which has ferromagnetism, and a nonmagnetic grain boundary which surround it on said nonmagnetic substrate layer the process which carries out the laminating of the magnetic layer, and (3) — the process which carries out the laminating of the protective coat on said magnetic layer, and (4) — the manufacture approach of the magneto-recording medium characterized by having the process which carries out the laminating of the fluid lubrication agent layer on said protective coat.

[Claim 8] The process which carries out the laminating of said magnetic layer is the manufacture approach of the magneto-recording medium according to claim 7 characterized by being the process which prepares two or more magnetic layer components of a different presentation.

[Claim 9] The process which is the manufacture approach of a magneto-recording medium that the laminating of a nonmagnetic substrate layer, a magnetic layer, a protective coat, and the fluid lubrication agent layer was carried out one by one at least on the nonmagnetic substrate, and carries out the laminating of the nonmagnetic substrate layer on (i) nonmagnetic substrate, (2) Make it exposed into the gas ambient atmosphere containing (i) oxygen, and the oxidizing zone to which the layer front face put to oxygen oxidized is formed. (ii) The magnetic layer component which consists of crystal grain which has ferromagnetism, and a nonmagnetic grain boundary which surround it is formed. You make it exposed into the count repeat which asks for the above (i) — (ii), and the gas ambient atmosphere containing (iv) oxygen. (iii) The process which carries out the laminating of the magnetic layer on said nonmagnetic substrate layer by forming the oxide film with which the layer front face put to oxygen oxidized, (3) — the process which carries out the laminating of the protective coat on said magnetic layer, and (4) — the manufacture approach of the magneto-recording medium characterized by having the process which carries out the laminating of the fluid lubrication agent layer on said protective coat.

[Claim 10] The manufacture approach of a magneto-recording medium given in either of claims 7-9 characterized by performing the process of (4) from the above (1), without heating said nonmagnetic substrate in advance.

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and INFIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

DETAILED DESCRIPTION

---

## [Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the magnetic-recording medium used for various magnetic-recording medium equipments including the outboard recorder of a computer, and its manufacture approach.

[0002]

[Description of the Prior Art] recent years are rapid — more — high recording density — low — the ingredient of various presentations and structures of a magnetic layer, a nonmagnetic substrate layer, and a Seed layer etc. is proposed from the former to the demand of a noise magnetic-recording medium. The magnetic layer with the structure which surrounded the perimeter of the magnetic crystal grain generally especially called a granular magnetic layer with a nonmagnetic non-metallic substance like an oxide or a nitride is proposed.

[0003] For example, after carrying out the laminating of a nonmagnetic membrane, a ferromagnetic, and the nonmagnetic membrane one by one on a nonmagnetic substrate, attaining low noise-ization is indicated by JP.8-255342.A by performing heat-treatment by forming the granular recording layer which ferromagnetic crystal grain distributed into a nonmagnetic membrane. The alloy which uses cobalt or cobalt as a principal component as a magnetic layer in this case is used, and a metal, an oxide, a nitride, carbon, or carbide is used as a nonmagnetic membrane. Moreover, the granular record film in which magnetic crystal grain has the structure which it was surrounded with the nonmagnetic oxide and separated separately can be formed, and it is indicated by by performing RF (radio frequency) sputtering to USP No. 5,679,473 using the CoNiPt target with which oxides, such as SiO<sub>2</sub>, were added that high H<sub>c</sub> and the high reduction in a noise are realized.

[0004] Since such a granular magnetic film controls formation of the zigzag magnetic domain wall which the magnetic interaction between magnetic particles falls and is produced in the transition region which is a record bit in order that the grain boundary phase of a nonmagnetic nonmetal may separate a magnetic particle physically, it is thought that low noise figure is obtained.

[0005] The reason of the noise of a record medium is fluctuation of the magnetization by the size of the magnetic particle which constitutes a medium, and the magnetic interaction between particles. In order to maintain high SNR in accordance with improvement in recording density, it is required to maintain the magnetic particle number per 1-bit at more than constant value, i.e., detailed-izing of a magnetic particle. However, in the condition that a big exchange interaction works between magnetic particles, a crystal grain child's detailed-ization does not necessarily mean detailed-ization of a flux reversal unit in many cases. For this reason, in order to make small the flux reversal unit itself shown by the activation magnetic moment, it also unites opposing the exchange interaction between particles, and it is needed. Furthermore, on the occasion of detailed-izing, it does not lapse into a superparamagnetism condition, but to some extent big anisotropy energy is needed for the magnetic particle itself so that indispensable magnetic properties (it is about H<sub>c</sub>/M<sub>r</sub>t) may be acquired by high-resolution record. The aim of granular structure which distributes the magnetic particle of high anisotropy energy in a nonmagnetic matrix is to satisfy all above-mentioned severe demands for a raise in SNR.

[0006] By forming membranes at an elevated temperature, the CoCr system metal magnetic film used conventionally deposits in a grain boundary because Cr segregates from Co system magnetism grain, and it is reducing the magnetic interaction between magnetic particles. On the other hand, in order to use the matter of non-magnetic metal as this grain boundary phase, compared with the conventional Cr, it is easy to segregate in the case of a granular magnetic layer, and it has the advantage that isolation of a magnetic grain can be promoted comparatively easily. As for the non-magnetic metal matter, in the case of a granular magnetic layer, also in the membrane formation in those without heating, there is also an advantage of producing a segregation, to a thing with indispensable to sufficient segregation of Cr raising the substrate temperature at the time of membrane formation at 200 degrees C or more especially in the case of the conventional CoCr system metal magnetic layer.

[0007]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, the magnetic-recording medium which has a granular magnetic film will need to add comparatively a lot of Pt(s) into Co alloy, in order to realize desired magnetic properties, especially the desired high coercive force H<sub>c</sub>. In this granular magnetic film, in order to need the 18at% thing Pt in order to realize H<sub>c</sub> of 2800Oe extent generally, on the other hand to realize comparable H<sub>c</sub> in the conventional CoCr system metal magnetic film, about [ 8at% ] Pt is only required. The granular magnetic

film which needs expensive Pt for a large quantity has produced the problem from very high  $H_c$  of 3200 or more Oes being increasingly demanded in connection with the densification of magnetic recording in recent years in the semantics of a manufacture increase in cost. Moreover, in connection with densification, the further fall is called for also for the medium noise.

[0008] Furthermore, in the granular magnetic layer, since clear granular structure is not formed when the crystal growth in the low thickness field (initial growth field) is confused, it is the main factor of degradation of the magnetic properties in low  $Brdelta$  (residual magnetic flux density  $\times$  thickness product), and a magnetic parametric performance. While low thickness-ization of the magnetic layer accompanied by future high recording density progresses, it has been a big technical problem how degradation of the medium property in the initial growth field of this granular magnetic layer and a magnetic parametric performance is solved.

[0009] Moreover, the granular magnetic layer on a substrate is difficult to carry out orientation of the magnetization in a magnetic layer into a field, although the non-magnetic metal matter produces a segregation also in non-heating membrane formation, and it is easy to become an isotropic (random orientation) medium. [0010]

[Means for Solving the Problem] It inquired wholeheartedly for a raise in  $H_c$  of the magnetic-recording medium which gives a desired stacking tendency effectively to a granular magnetic layer which was mentioned above, and has a granular magnetic layer, the reduction in a noise, and low-cost-izing. Consequently, in order to acquire a desired stacking tendency, after controlling the orientation of the layer below a magnetic layer, it will be necessary to carry out epitaxial growth of the magnetic layer. Then, by dividing the membrane formation process of a magnetic layer in multistage story, and multilayering a magnetic layer so that it may be formed from two or more magnetic layer components showed that a raise in  $H_c$  and the reduction in a noise more than the magnetic-recording medium which has the magnetic layer (that is, magnetic layer which consists of a magnetic layer component of one layer) clearly obtained by usual by carrying out continuation membrane formation could be attained.

[0011] Moreover, it also became clear that the further effectiveness was acquired by [ of each magnetic layer component in the multilayered magnetic layer ] preparing an oxidizing zone up and down.

[0012] Specifically, this invention offers two kinds of magnetic-recording media by the configuration of the magnetic layer. As for the first magnetic-recording medium of this invention, the laminating of a nonmagnetic substrate layer, a magnetic layer, a protective coat, and the fluid lubrication agent layer is carried out one by one at least on the nonmagnetic substrate, and the above-mentioned magnetic layer is the laminated structure which carried out the laminating of the magnetic layer component which consists of crystal grain which has ferromagnetism, and a nonmagnetic grain boundary which surround it more than two-layer.

[0013] Here, it is still more desirable when the presentations of each magnetic layer component in an above-mentioned magnetic layer differ.

[0014] As for the second magnetic-recording medium of this invention, the laminating of a nonmagnetic substrate layer, a magnetic layer, a protective coat, and the fluid lubrication agent layer is carried out one by one at least on the nonmagnetic substrate. Moreover, the above-mentioned magnetic layer More than two-layer and an oxidizing zone consist [ the magnetic layer component which consists of crystal grain which has ferromagnetism, and a nonmagnetic grain boundary which surround it ] of three or more layers, and the laminating of this magnetic layer component and this oxidizing zone is carried out by turns so that the top layer and the bottom layer may turn into an oxidizing zone.

[0015] As for the nonmagnetic grain boundary in the magnetic layer component of the above-mentioned first and second magnetic-recording media, it is desirable that it is the oxide or nitride of at least one element chosen from the group which consists of Cr, Co, Si, aluminum, Ti, Ta, Hf, and Zr.

[0016] Moreover, as for the nonmagnetic substrate layer of the magnetic-recording medium mentioned above, consisting of Cr or a Cr alloy may be desirable, and a nonmagnetic substrate may be crystallization glass, chemically strengthened glass, or plastics.

[0017] The manufacture approach of the first magnetic-recording medium that the laminating of a nonmagnetic substrate layer, a magnetic layer, a protective coat, and the fluid lubrication agent layer was carried out one by one at least on the nonmagnetic substrate of this invention mentioned above (1) by preparing the two or more layers magnetic layer component which consists of crystal grain which has ferromagnetism, and a nonmagnetic grain boundary which surround it on the process which carries out the laminating of the nonmagnetic substrate layer on a nonmagnetic substrate, and the nonmagnetic substrate layer of (2) above-mentioned it has the process which carries out the laminating of the magnetic layer, the process which carries out the laminating of the protective coat on (3) this magnetic layer, and the process which carries out the laminating of the fluid lubrication agent layer on (4) this protective coat.

[0018] Here, as for the process which carries out the laminating of the magnetic layer, it is desirable that it is the process which prepares two or more magnetic layer components of a different presentation.

[0019] Moreover, the manufacture approach of the second magnetic-recording medium that the laminating of a nonmagnetic substrate layer, a magnetic layer, a protective coat, and the fluid lubrication agent layer was carried out one by one at least on the nonmagnetic substrate of this invention (1) You make it exposed into the process which carries out the laminating of the nonmagnetic substrate layer on a nonmagnetic substrate, and the gas ambient atmosphere containing (2) and (1) oxygen. Form the oxidizing zone to which the layer front face put to oxygen oxidized, and the magnetic layer component which consists of a nonmagnetic grain

boundary which surround the crystal grain which has (ii) ferromagnetism, and it is formed. You make it exposed into the count repeat which asks for the above (i) - (ii), and the gas ambient atmosphere containing (iv) oxygen. (iii) It has the process which carries out the laminating of the magnetic layer on the above-mentioned nonmagnetic substrate layer, the process which carries out the laminating of the protective coat on (3) this magnetic layer, and the process which carries out the laminating of the fluid lubrication agent layer on (4) this protective coat by forming the oxide film with which the layer front face put to oxygen oxidized.

[0020] Moreover, by the manufacture approach of the magnetic-recording medium of this invention mentioned above, the process of (4) can be performed from the above (1), without heating a nonmagnetic substrate in advance.

[0021]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, it explains to a detail more, referring to drawing 1 and drawing 2 about this invention.

[0022] The cross-section schematic drawing of an example of a magnetic layer where the cross-section schematic drawing of a magnetic-recording medium whose drawing 1 is an example of this invention is established in drawing 2 (a) by the first magnetic-recording medium of this invention, and drawing 2 (b) show the cross-section schematic drawing of an example of a magnetic layer established in the second magnetic-recording medium of this invention.

[0023] The magnetic-recording medium shown in drawing 1 is having structure where the nonmagnetic substrate layer 2, the magnetic layer 3, and the protective coat 4 were formed in order on the nonmagnetic substrate 1, and the fluid lubrication agent layer 5 is formed on it. Moreover, the magnetic-recording medium shown in drawing 2 (a) is having the three-tiered structure to which the laminating of the magnetic layer components 3a, 3b, and 3c was carried out. Each magnetic layer components 3a-3c are pinched by oxidizing-zone 3a' - 3d', respectively, and the magnetic-recording medium shown in drawing 2 (b) is having the laminated structure by which the laminating was carried out to the order of 3a', 3a, 3b', 3b, 3c', 3c, and 3d'.

[0024] First, the first magnetic-recording medium of this invention is explained.

[0025] As a nonmagnetic substrate 1, aluminum alloy which is used for the usual magnetic-recording media and which performed NIP plating, tempered glass, or glass ceramics can be used, and also in this invention, since substrate heating is not needed, the substrate which produced a polycarbonate, polyolefine, or other resin by carrying out injection molding can be used.

[0026] On this nonmagnetic substrate 1, the nonmagnetic substrate layer 2 is used and the conventional approaches, such as electron beam vacuum deposition and a sputter, are established. As for this nonmagnetic substrate layer 2, it is desirable to consist of non-magnetic material containing NiAl, Cr, etc., and to use Cr or Cr alloy. As a Cr alloy, CrMo, CrTi, CrV, a CrW alloy, etc. are desirable. Moreover, although especially the thickness of the nonmagnetic substrate layer 2 is not restricted, in order to acquire magnetic properties and a magnetic parametric performance with optimal about 50nm from about 5nm, it is desirable.

[0027] Next, a magnetic layer 3 is formed on the nonmagnetic substrate layer 2. The configuration of the magnetic layer formed in the first magnetic-recording medium is having multilayer structure which divided the magnetic layer membrane formation process in multistage, and carried out the laminating of two or more magnetic layer components 3a-3c as shown in drawing 2 (a). Each magnetic layer components 3a-3c are the so-called granular magnetic layers which it becomes from the crystal grain which has ferromagnetism, and the nonmagnetic grain boundary which surround it, and a nonmagnetic grain boundary becomes from a metal oxide or a metal (here, Si is also included) nitride. By using as a target the ferromagnetic metal containing the oxide which constitutes for example, a nonmagnetic grain boundary, the structure of such magnetic layer components 3a-3c forms membranes by sputtering, and is acquired. Or although the magnetic layer components 3a-3c of granular structure can be obtained by forming membranes by reactive sputtering in Ar gas which contains oxygen by using a ferromagnetic metal as a target, it is not restricted to these.

[0028] As an ingredient which constitutes the crystal which has ferromagnetism, although a CoPt system alloy is used suitably, it is not limited to this. It is desirable to add the element chosen from the group which becomes a CoPt alloy from Cr, nickel, and Ta especially at least one because of reduction of a medium noise. On the other hand, it is especially desirable in order that using the oxide or nitride of an element chosen from the group which consists of Cr, Co, Si, aluminum, Ti, Ta, Hf, and Zr as an ingredient which constitutes a nonmagnetic grain boundary at least one may form stable granular structure.

[0029] as for especially the thickness of the magnetic layer 3 of multilayer structure, it is desirable not to be restricted, to need the thickness for obtaining head playback output sufficient at the time of record playback, and for total thickness to become almost equivalent to the thickness of a request with the conventional continuation (much more -- since -- it becomes) film.

[0030] Moreover, although the same presentation is sufficient as each magnetic layer component, especially, oxide (nitride) concentration in each magnetic layer component is changed, and a property with more desirable having a different presentation is acquired.

[0031] Although the magnetic layer of drawing 2 (a) is formed from the magnetic layer component of three layers, this invention should just be a magnetic-recording medium which has the magnetic layer formed from the magnetic layer component more than two-layer.

[0032] Subsequently, sequential formation of a protective coat 4 and the fluid lubrication agent layer 5 is carried out on this magnetic layer 3. The conventional thing can be used as a protective coat 4 and a fluid

lubrication agent layer 5. For example, although the thin film which makes carbon a subject is used as a protective coat 4 and the lubricant of a perfluoro polyether system can be used as a fluid lubrication agent layer 5, it is not limited to this. A protective coat 4 can be formed using the conventional approaches, such as a sputter, and the fluid lubrication agent layer 5 can form it using the conventional approaches, such as applying a fluid lubrication agent.

[0033] Thus, the first magnetic-recording medium of this invention is obtained.

[0034] Although the configuration of a magnetic layer differs from the configuration of the magnetic layer of the first magnetic-recording medium as the second magnetic-recording medium is shown in drawing 2 (b), all the other points are as the first magnetic-recording medium having explained. The magnetic layer 3 formed in the second magnetic-recording medium has the structure where the magnetic layer components 3a-3c were pinched by oxidizing-zone 3a' - 3d', as shown in drawing 2 (b). A magnetic layer component is formed like the case of the first magnetic-recording medium. An oxidizing zone is formed when the front face of the layer which is performing the process which exposes a medium and was put to the inside of the gas ambient atmosphere which contains oxygen before membrane formation of magnetic layer component 3a and after membrane formation of each magnetic layer components 3a-3c, for example, Ar-10%O<sub>2</sub> gas, oxidizes.

[0035] Each ingredient of the magnetic layer component of the magnetic layer 3 formed in the second magnetic-recording medium and the thickness of a magnetic layer 3 are as the magnetic layer 3 formed in the first magnetic-recording medium having explained.

[0036] Moreover, like the case of the magnetic layer 3 formed in the first magnetic-recording medium, although the same presentation is sufficient as each magnetic layer component, oxide (nitride) concentration in each magnetic layer component is changed, and a property with more desirable having a different presentation is acquired especially.

[0037] Although especially limitation does not have each thickness of a magnetic layer component and an oxidizing zone, it is desirable for the thickness of the sum total of the thickness of a magnetic layer 3, i.e., all magnetic layer components, and oxidizing zones to become almost equivalent to the request thickness in the conventional continuation film.

[0038] In addition, although the magnetic layer of drawing 2 (b) is formed by carrying out the laminating of the magnetic layer component of three layers, and the oxidizing zone of four layers by turns. The magnetic layer component and the oxidizing zone should just be carrying out the configuration by which the laminating was carried out by turns so that this invention may consist of the magnetic layer component more than two-layer, an oxidizing zone of three or more layers, and an oxidizing zone with more one layer than the magnetic layer component and this magnetic layer component more than two-layer in detail and the layer of the top in a magnetic layer and the bottom layer may turn into an oxidizing zone.

[0039] Thus, the magnetic-recording medium whose high Hc, low noise, and low-cost-izing of this invention were attained can be obtained. Here, the effectiveness of multilayer-structure-izing of the magnetic layer which is the description of this magnetic-recording medium, and oxidizing-zone grant is described.

[0040] As a cause of a noise, in the usual longitudinal record, if the magnetization component to a perpendicular direction is large compared with the case where magnetization is carrying out orientation in the direction of field in land water Taira correctly, it will become the cause of a noise. If magnetic layer thickness generally becomes thick, it will become easy to carry out orientation of the magnetization perpendicularly. So, in this invention, when each film (magnetic layer component) which multilayers that is, forms a magnetic layer was made thin, the orientation within a field was promoted more, and the configuration film reduced the vertical component of magnetization as the whole magnetic layer (reduction in a noise), and led to high Hc-ization.

[0041] Moreover, the granular magnetic layer which carried out the laminating of two or more magnetic layer components of this invention promotes the crystal grain of the ferromagnetic crystal in the magnetic layer component of the maximum upper layer, and the epitaxial growth of an oxide grain boundary. And detailed-ization of the crystal disposition top in the granular magnetic layer component further directly under [ of the maximum upper layer ] a magnetic layer component itself or the diameter of crystal grain is also attained, and the stacking tendency of a magnetic layer is controlled more preferably as the result.

[0042] It is more more desirable to carry out the laminating of the magnetic layer component of a presentation which changes the presentation of each magnetic layer component, for example, changes oxide (nitride) concentration and is different in this invention as mentioned above.

[0043] With a granular magnetic film, if the amount of addition oxides (nitride) is made to increase so that grain boundary segregation may be urged, specifically, detailed-ization of the crystal grain needed for low noise-ization will be obtained. However, when the amount of oxides (nitride) is increased conversely, the epitaxial growth from a substrate layer etc. will become difficult.

[0044] Then, the magnetic layer component of the maximum upper layer in a magnetic layer has the presentation which was excellent in magnetic properties and a magnetic parametric performance, and is made to give it in order to promote the lattice matching of carrying out epitaxial growth of the magnetic layer component of the maximum upper layer finely of a lower layer magnetic layer component from the magnetic layer component of the maximum upper layer, and the layers (substrate layer etc.) which are directly under a magnetic layer. That is, the granular magnetic layer component of the maximum upper layer forms the granular membrane which the amount of oxides (nitride) was reduced [ granular membrane ] and made Pt and Cr

fluctuate in order to make the lower layer magnetic layer component of a magnetic layer promote epitaxial growth using the granular membrane which can attain low noise-ization to which the oxide (nitride) was made to increase. With a CoCr system alloy, it can change suitably, considering the misfit of each layer formed in the bottom of magnetic layers, such as a presentation of the granular magnetic layer component of the maximum upper layer, or a substrate layer, since a lattice constant also increases with the increment in Pt and the amount of Cr(s).

[0045] Moreover, lattice matching, such as misfit, becomes easier by laminating the magnetic layer component formed between the magnetic layer components of the maximum upper layer of a layer (substrate layer) and a magnetic layer which hits directly under a magnetic layer.

[0046] Moreover, since it is an oxide, the amount of oxygen is deep to promotion of segregation structure, and bearing the segregation to the grain boundary of the crystal grain which has ferromagnetism about a granular magnetic film influences. By the second magnetic-recording medium of this invention, oxygen supply from the oxygen as an oxide added at the magnetic layer target and the oxidizing zone which the magnetic layer component gave up and down is also performed by the offer origin of the oxygen.

[0047] By the second magnetic-recording medium of this invention, each magnetic layer component is formed for an oxidizing zone up and down by being exposed to the ambient atmosphere which contains O<sub>2</sub> gas before and behind each magnetic layer component at the time of membrane formation of each magnetic layer component in a magnetic layer. Oxygen was more effectively supplied into the granular magnetic film by grant of this oxidizing zone, the interaction between magnetic particles was reduced by promotion of the segregation structure according to it, and it led to the reduction in a noise, end high Ho-ization.

[0048] Therefore, high Ho and low-noise-izing become possible even for Pt more nearly little than before even being included, and low cost-ization is attained.

[0049] Furthermore, even if the magnetic-recording medium of this invention which has a laminated structure which has in this way end was mentioned above skips a substrate heating process like the conventional magnetic-recording medium to the production process, it becomes possible [attaining high Ho-izing and low medium noise-ization], and the fall of the manufacturing cost accompanying simplification of a production process can also plan it.

[0050] Furthermore, it also becomes possible to use plastics cheap besides conventional aluminum and a conventional glass substrate as a substrate.

[0051]

[Example] Below, in the magnetic-recording medium of this invention, an example and the example of a comparison explain more concretely.

[0052] Using a chemically-strengthened-glass substrate (Ni by Hoya Corp. J-10 glass substrate) with a smooth front face, without introducing this in an after [washing] sputtering system as a [example 1] nonmagnetic substrate 1, and heating a substrate under Ar gas pressure 50mTorr The nonmagnetic substrate layer 2 of 15nm of thickness which consists of Cr-20at%Mo (Mo 20at(s)% included Cr alloy) by the DC magnetron sputtering method using the target of Cr alloy containing Mo was formed.

[0053] subsequently, the bottom of Ar gas pressure 30mTorr — SiO<sub>2</sub> — seven-mol% — granular magnetic layer component of 10nm of thickness 3a was formed by the same presentation as a target by RF sputter using the target of a presentation of added Co-10at%Cr-14at%Pt. Then, granular magnetic layer component of 10nm of thickness 3b was formed under the same conditions, and two-layer-ization of a magnetic layer 3 was performed.

[0054] Subsequently, by the sputter, the laminating of the carbon protective coat 4 of 10nm of thickness was carried out on the magnetic layer 3, and it took out from the inside of the sputtering system in a vacuum.

[0055] And the fluid lubrication agent which consists of a perfluoro polyether was applied on the carbon protective coat 4, and the fluid lubrication agent layer 5 of 1.5nm of thickness was formed.

[0056] Thus, the magnetic-recording medium as shown in drawing 1 was manufactured.

[0057] In addition, heating of the nonmagnetic substrate 1 is omitted in advance of the membrane formation mentioned above.

[0058] About the magnetic properties of the obtained magnetic-recording medium, coercive force H<sub>c</sub> and residual magnetic flux density x thickness product Brd<sub>e</sub>ita was measured using the oscillating sample mold magnetometer (VSM). Moreover, about the magnetic parametric performance, the medium noise and SNR (opposite signal to noise ratio) value in the playback output TAA and track-recording-density 120KFCI of an isolated playback wave were measured with the spin stand circuit tester using the GMR head.

[0059] The measurement result which shows the presentation of a laminated structure in Table 1, and shows a property in Table 2 is shown.

[0060] The three-layer laminating of the magnetic layer components 3a, 3b, and 3c which are about 6.7nm of [example 2] each thickness was carried out, and the magnetic-recording medium shown in drawing 1 using the same approach as an example 1 except for forming the magnetic layer 3 (drawing 2 (a)) of 20nm of sum total thickness was obtained.

[0061] About the magnetic properties and the magnetic parametric performance of a magnetic-recording medium which were acquired, it measured like the example 1.

[0062] The measurement result which expresses a property for the laminated structure of the magnetic-recording medium of this example to Table 1 is shown in Table 2.

[0063] The four-layer laminating of the magnetic layer component which is 5nm of [example 3] each thickness was carried out, and the magnetic-recording medium shown in drawing 1 using the same approach as an example 1 except for forming the magnetic layer 3 of 20nm of sum total thickness was obtained.

[0064] About the magnetic properties and the magnetic parametric performance of a magnetic-recording medium which were acquired, it measured like the example 1.

[0065] The measurement result which expresses a property for the laminated structure of the magnetic-recording medium of this example to Table 1 is shown in Table 2.

[0066] Each magnetic layer component 3a before forming [example 4] magnetic layer component 3a, it is exposed for 10 seconds into 10mTorr ambient atmosphere of Ar-10%O<sub>2</sub> gas after each which formed 3b and 3c. Oxidizing-zone 3a, Except for forming the magnetic layer 3 (drawing 2 (b)) in which each magnetic layer component prepared 3b', 3c', and 3d' up and down, the magnetic-recording medium shown in drawing 1 using the same approach as an example 2 was obtained.

[0067] About the magnetic properties and the magnetic parametric performance of a magnetic-recording medium which were acquired, it measured like the example 1.

[0068] The measurement result which expresses a property for the laminated structure of the magnetic-recording medium of this example to Table 1 is shown in Table 2.

[0069] Except for the [example 1 of comparison] magnetic layer 3 consisting only of one layer of magnetic layer components which are 20nm of thickness, the magnetic-recording medium was obtained using the same approach as an example 1.

[0070] About the magnetic properties and the magnetic parametric performance of a magnetic-recording medium which were acquired, it measured like the example 1.

[0071] The measurement result which expresses a property for the laminated structure of the magnetic-recording medium of this example of a comparison to Table 1 is shown in Table 2.

[0072] In order to obtain the [example 5] magnetic layer 3 — SiN — 12-mol% — except for forming the granular magnetic layer components 3a and 3b of the same presentation as a target using the target of a presentation of added Co-10at%Cr-14at%Pt, the magnetic-recording medium shown in drawing 1 like an example 1 was obtained.

[0073] About the magnetic properties and the magnetic parametric performance of a magnetic-recording medium which were acquired, it measured like the example 1.

[0074] The measurement result which shows a property for the laminated structure of the magnetic-recording medium of this example in Table 1 is shown in Table 2.

[0075] the presentation of the target for forming a [example 6] magnetic layer component — SiN — 12-mol% — except for being referred to as added Co-10at%Cr-14at%Pt, and forming a magnetic layer 3 (drawing 2 (a)), the magnetic-recording medium shown in drawing 1 like an example 2 was obtained.

[0076] About the magnetic properties and the magnetic parametric performance of a magnetic-recording medium which were acquired, it measured like the example 1.

[0077] The measurement result which expresses a property for the laminated structure of the magnetic-recording medium of this example to Table 1 is shown in Table 2.

[0078] the presentation of the target for forming a [example 7] magnetic layer component — SiN — 12-mol% — except for being referred to as added Co-10at%Cr-14at%Pt, and forming a magnetic layer 3 (drawing 2 (b)), the magnetic-recording medium shown in drawing 1 like an example 4 was obtained.

[0079] About the magnetic properties and the magnetic parametric performance of a magnetic-recording medium which were acquired, it measured like the example 1.

[0080] The measurement result which expresses a property for the laminated structure of the magnetic-recording medium of this example to Table 1 is shown in Table 2.

[0081] Except for the [example 2 of comparison] magnetic layer 3 consisting only of one layer of magnetic layer components which are 20nm of thickness, the magnetic-recording medium was obtained using the same approach as an example 5.

[0082] About the magnetic properties and the magnetic parametric performance of a magnetic-recording medium which were acquired, it measured like the example 1.

[0083] The measurement result which expresses a property for the laminated structure of the magnetic-recording medium of this example of a comparison to Table 1 is shown in Table 2.

[0084]

[Table 1]

	磁性層			
	組成	磁性層 成分膜厚(Å)	磁性層 成分膜厚(nm)	酸化層
実施例1	Co-10Cr-14Pt-7SiO <sub>2</sub>	2	10	無
実施例2	Co-10Cr-14Pt-7SiO <sub>2</sub>	3	6.7	無
実施例3	Co-10Cr-14Pt-7SiO <sub>2</sub>	4	5	無
実施例4	Co-10Cr-14Pt-7SiO <sub>2</sub>	3	7	有
比較例1	Co-10Cr-14Pt-7SiO <sub>2</sub>	1	20	無
実施例5	Co-10Cr-14Pt-12SiN	2	10	無

実施例6	Co-10Cr-14Pt-12SiN	3	5.7	無
実施例7	Co-10Cr-14Pt-12SiN	3	7.1	有
比較例2	Co-10Cr-14Pt-12SiN	1	20	無

[0085]

[Table 2]

	H <sub>c</sub> (Oe)	Br <sub>c</sub> (G $\mu$ m)	再生出力 (mV/p-p)	媒体ノイズ $\mu$ V	SNR dB
実施例1	3142	50	0.70	24.3	22.7
実施例2	3272	53	0.71	22.5	22.9
実施例3	3290	59	0.69	22.0	23.2
実施例4	3492	60	0.67	18.9	23.9
比較例1	3088	59	0.71	29.2	21.7
実施例5	2982	61	0.70	26.4	22.2
実施例6	3148	59	0.69	24.1	22.5
実施例7	3331	60	0.70	20.2	23.3
比較例2	2765	62	0.72	31.4	21.2

[0086] The coercive force H<sub>c</sub> of each magneto-recording medium obtained by drawing 3 from examples 1-4 and the example 1 of a comparison was shown, SNR (noise ratio for a signal) of each magneto-recording medium obtained by drawing 4 from examples 1-4 and the example 1 of a comparison was shown, and the dependency of H<sub>c</sub> and SNR by the laminating number of sheets of a magnetic layer component was investigated.

[0087] Drawing 3, drawing 4, and Table 2 show that coercive force H<sub>c</sub> and SNR improved as the laminating number of sheets of a magnetic layer component is increased.

[0088] And the magneto-recording medium (examples 1-4) which has the magneto layer 3 to which the magneto layer component carried out the laminating of the magneto layer component more than two-layer compared with the magneto-recording medium (example 1 of a comparison) which has the magneto layer 3 which consists of one layer has 50 or more Oe(s) of much H<sub>c</sub>, and is improving by 400 or more Oes, there is 1.0dB or more of much SNR, and 2.2dB improvement is found.

[0089] Moreover, compared with what is not adding this (example 2), the coercive force H<sub>c</sub> and SNR of the magneto-recording medium (example 4) which added the process exposed to Ar-10%O<sub>2</sub> gas before and after membrane formation of the magneto layer component which carried out the laminating improved further. By having formed the oxidizing zone, oxygen is effectively supplied to a granular magnetic film, and this is based on the result by which the segregation structure of a magnetic layer was promoted further, as mentioned above. From such a reason, the coercive force H<sub>c</sub> of SNR [200 or more Oes and ] improved by 1.0dB by the magneto-recording medium in which the oxidizing zone was formed, compared with the magneto-recording medium without an oxidizing zone.

[0090] carrying out laminating structuring of the magnetic layer — much more — much more — \*\* — the thickness of the magnetic layer component to carry out becomes thin. Since it becomes easy to carry out orientation of the magnetization perpendicularly and the laminating of each magneto layer component thin-film-ized by laminating without changing the sum total thickness in this invention will be carried out, so that the thickness of a magnetic layer is generally large, the stacking tendency within a field of magnetization becomes good, and it is thought that many properties improved.

[0091] Furthermore, in the presentation of a magnetic layer, as an ingredient which forms the nonmagnetic grain boundary, also when a nitride (SiN) was used instead of an oxide (SiO<sub>2</sub>) (examples 5-7 and example 2 of a comparison), the same result was obtained.

[0092] As a [example 8] nonmagnetic substrate 1, using the polyolefine substrate with a smooth front face, this was introduced in the after [ washing ] sputtering system, and the nonmagnetic substrate layer 2 of 15nm of thickness which consists of Cr-20at%Mo (Mo 20at% included Cr alloy) by the DC magnetron sputtering method using the target of Cr alloy containing Mo was formed under Ar gas pressure 50mTorr, without heating a substrate.

[0093] subsequently, the bottom of Ar gas pressure 30mTorr — SiO<sub>2</sub> — seven-mol% — granular magnetic layer component of 10nm of thickness 3a was formed by the same presentation as a target by RF sputter using the target of a presentation of added 71at%Co-10at%Cr-12at%Pt, then, the bottom of the same conditions — SiO<sub>2</sub> — ten-mol% — using the target of a presentation of added 68at%Co-10at%Cr-14at%Pt, granular magnetic layer component of 10nm of thickness 3b was formed by the same presentation as a target, and two-layer-ization of a magnetic layer 3 was performed.

[0094] Subsequently, by the sputter, the laminating of the carbon protective coat 4 of 10nm of thickness was carried out on the magnetic layer 3, and it took out from the inside of the sputtering system in a vacuum.

[0095] And the fluid lubrication agent which consists of a perfluoro polyether was applied on the carbon

protective coat 4, and the fluid lubrication agent layer 5 of 1.5nm of thickness was formed.

[0098] Thus, the magnetic-recording medium as shown in [drawing 1](#) was manufactured.

[0097] In addition, heating of the nonmagnetic substrate 1 is omitted in advance of the membrane formation mentioned above.

[0098] The presentation of each magnetic layer component of a magnetic layer and the number of laminations of a magnetic layer component are shown in Table 3.

[0099] In this example, the stacking tendency of Cr alloy (body-centered cubic lattice bcc) of a substrate layer has obtained good (200) orientation, and it has tried it so that the easy axis of the granular magnetic layer Co may make the orientation (110) of (the hexagonal-closest-packing structure hcp) carry out epitaxial growth on it. [0100] The effectiveness in this example is expressed with the half-value width by the rocking curve (orientation distribution) measurement in the X diffraction peak intensity ratio in a granular magnetic layer component (3b) and peak (110) of the maximum upper layer, and the size of this half-value width is reflected in the promotion condition of epitaxial growth. It excels in crystallinity, so that this X diffraction peak intensity ratio is large, and good epitaxial growth is obtained, so that the half-value width of a rocking curve is small.

[0101] About the obtained magnetic-recording medium, an X diffraction peak intensity ratio and rocking curve half-value width were measured, and the result was shown in Table 4. Performing an X diffraction peak intensity ratio with an X-ray powder diffraction method (theta-2theta measuring method) in an X diffraction measuring device, rocking curve half-value width fixes a sample base (theta), and measures the half-value width of the X-ray profile when carrying out movable [ of the detector (2theta) ].

[0102] Moreover, coercive force [ of a horizontal direction and a perpendicular direction ] Ho and residual magnetic flux density x thickness product Brdelta was measured about the magnetic properties of the obtained magnetic-recording medium using the oscillating sample magnetometer (VSM). Moreover, about the magnetic parametric performance, the SNR (opposite signal to noise ratio) value in the playback output TAA and track-recording-density 120kFCI of an isolated playback wave was measured with the spin stand circuit tester using the GMR head. A measurement result is shown in Table 5.

[0103] The target of a presentation of added 75at%Co-10at%Cr-10at%Pt is used. [example 8] SiO2 -- five-mol% -- The target of a presentation of added 71at%Co-10at%Cr-12at%Pt is used, the same presentation as a target -- magnetic layer component of 7nm of thickness 3a -- forming -- SiO2 -- seven-mol% -- The target of a presentation of added 88at%Co-10at%Cr-14at%Pt is used, the same presentation as a target -- magnetic layer component of 7nm of thickness 3b -- forming -- and SiO2 -- ten-mol% -- Magnetic layer component of 7nm of thickness 3c was formed by the same presentation as a target, and the magnetic-recording medium of a publication was obtained to [drawing 1](#) like the example 8 except having performed three stratification of a magnetic layer.

[0104] Like the example 8, this example has obtained good (200) orientation, and it has tried the stacking tendency of Cr alloy (body-centered cubic lattice bcc) of a substrate layer so that the easy axis of the granular magnetic layer Co may make the orientation (110) of (the hexagonal-closest-packing structure hcp) carry out epitaxial growth on it.

[0105] About the obtained magnetic-recording medium, an X diffraction peak intensity ratio and rocking curve half-value width were measured like the example 8, and the result was shown in Table 4. Even if attached to coercive force [ of a horizontal direction and a perpendicular direction ], and residual magnetic flux density x thickness product Brdelta, and a row SNR, it measured like the example 8 and was shown in Table 5.

[0106] [example 3 of comparison] SiO2 -- ten-mol% -- the magnetic-recording medium was manufactured like the example 8 except having formed the magnetic layer which consists of a monolayer of 20nm of thickness by the same presentation as a target using the target of a presentation of added 68at%Co-10at%Cr-14at%Pt.

[0107] About the obtained magnetic-recording medium, an X diffraction peak intensity ratio and rocking curve half-value width were measured like the example 8, and the result was shown in Table 3, and lessons was SNR-taken from coercive force [ of a horizontal direction and a perpendicular direction ], and residual magnetic flux density x thickness product Brdelta, and a row, and it measured, and was shown in Table 4.

[0108]

[Table 3]

	磁気層	
	組成	
実施例 8	Cr-10Cr-12Pt-7SiO <sub>2</sub>	2
	Cr-10Cr-14Pt-10SiO <sub>2</sub>	
実施例 9	Cr-10Cr-10Pt-6SiO <sub>2</sub>	3
	Cr-10Cr-12Pt-7SiO <sub>2</sub>	
比較例 3	Cr-10Cr-14Pt-10SiO <sub>2</sub>	1
	Cr-10Cr-14Pt-10SiO <sub>2</sub>	

[0109]

[Table 4]

	ピーク強度比 $I(110)/I(101)$	ロックンガカーブ 半値幅 (deg)	コメント
実施例 8	2~3	12	(110)優先配向 (エピタキシャル成長が不完全)
実施例 9	>10	4	強い(110)配向 (良好なエピタキシャル成長)
比較例 3	≦1	30	ランダム配向 (エピタキシャルしていない)

[0110]

[Table 5]

	水平方向		垂直方向		SNR (dB)
	H c (Oe)	$\Delta \theta$ (G $\mu$ m)	H c (Oe)	$\Delta \theta$ (G $\mu$ m)	
実施例 8	3198	0.1	989	1.1	28.7
実施例 9	8887	0.0	55	4	28.7
比較例 3	3045	0.9	2790	2.5	21.5

[0111] When Table 4 is seen, in the example 3 of a comparison whose granular magnetic layer is a monolayer, especially the orientation of a magnetic layer is random orientation as which priority orientation is not regarded, and the fact that the half-value width of a rocking curve is also large shows not growing epitaxially in the direction of a substrate Cr alloy (200).

[0112] It is desirable to carry out orientation within a field of the c-axis of a magnetic layer Co (hexagonal-closest-packing structure hop), and in the case of longitudinal record, generally, if the orientation of a substrate Cr alloy (body-centered cubic lattice bcc) is priority orientation in the field (200), the orientation within a field of a hop (110) side will grow [the easy axis of a magnetic layer Co] epitaxially.

[0113] In the granular magnetic layer which the example 8 bilayerized on the other hand By having formed the presentation also with small and crystal grain and misfit smaller than the upper magnetic layer component in the lower layer magnetic layer component Grid adjustment with the vertical layer interface by the lower layer magnetic layer component becomes good, the easy axis of Co serves as hop (110) priority orientation, and, as for the stacking tendency of the upper magnetic layer component, rocking curve half-value width is also known by that it is improved more greatly than the example 3 of a comparison, and epitaxial growth is progressing.

[0114] Moreover, it appears strongly so that the easy axis of Co in the magnetic layer component of the maximum upper layer may serve as hop (110) orientation from an example 8 by the ability controlling promotion of lattice matching still more precisely in the example 9 which carried out many laminations of the one layer of the magnetic layer components of the presentation with small crystal grain and misfit. And since the value also with the very smaller still half-value width of a rocking curve was acquired, the effectiveness of lamination was more remarkable.

[0115] Since grain-boundary-segregation structure is not enough, either, while the stacking tendency of a magnetic layer is not controlled by the example 3 of a comparison, and vertical coercive force becomes large, since Co-c shaft orientation is random orientation if Table 5 is seen, a medium noise is also large and, as a result, SNR has deteriorated.

[0116] However, in the examples 8 and 9 to which the epitaxial growth from a substrate layer progressed to some extent, the laminating effectiveness of a magnetic layer became clear also from vertical coercive force being a very small value. Moreover, as a result, SNR is improving by the fall of the medium noise by segregation structure having been promoted, and reduction of the noise in which a perpendicular magnetization component originates.

[0117]

[Effect of the Invention] While the stacking tendency of a magnetic layer is controllable by carrying out the laminating of each magnetic layer component of granular structure compared with the continuous granular magnetic layer which consists of one old layer, it can excel in crystallinity, and a magnetic layer with little orientation distribution can be obtained, and a raise in Hc and the reduction in a noise more than the magnetic-recording medium which carried out continuation membrane formation of the magnetic layer can be realized. Furthermore, in addition, since high Hc is easily obtained even if it reduces the amount of Pt(s) in the magnetic layer target by this effect of the invention, the further low noise-ization accompanied by low Pt quantification, i.e., low-cost-izing, is attained.

[0118] Moreover, the thing for which the oxide of at least one element chosen from the group which consists of Cr, Co, Si, aluminum, Ti, Ta, Hf, and Zr as non-magnetic metal matter in a granular magnetic layer is used, The alloy which added at least one element chosen from the group which becomes a CoPt alloy from Cr, nickel, and Ta as a crystal which has the ferromagnetism in a granular magnetic layer is used, And it becomes possible to heighten further the effectiveness of laminating structuring of the magnetic layer mentioned above by using Cr or Cr alloy as a nonmagnetic substrate layer.

[0119] Moreover, it becomes possible to reduce the medium noise which originates from a diameter of magnetic crystal grain, grain boundary segregation, etc. in a magnetic layer, and the noise resulting from the vertical component of magnetization, even if it does not perform substrate heating and bias impression by laminating structuring of this magnetic layer in forming the medium of this invention, and it also becomes possible to use plastics cheap besides conventional aluminum or a conventional glass substrate as a substrate from high Hc being obtained easily.

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

DESCRIPTION OF DRAWINGS

---

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is drawing showing the cross-section schematic drawing of the magnetic-recording medium which is an example of this invention.

[Drawing 2] It is drawing showing the cross-section schematic drawing of the magnetic layer of the magnetic-recording medium which is an example of this invention, and the magnetic layer which is an example of the first magnetic-recording medium of this invention by which (a) consists of two or more magnetic layer components, and (b) are drawings showing the magnetic layer which is an example [ of two or more magnetic layer components and each magnetic layer component ] of this invention of the second magnetic-recording medium which prepared the oxidizing zone up and down.

[Drawing 3] It is drawing showing change of the coercive force  $H_c$  accompanying change of the number of sheets of the magnetic layer component in a magnetic layer.

[Drawing 4] It is drawing showing change of SNR accompanying change of the number of sheets of the magnetic layer component in a magnetic layer.

[Description of Notations]

1 Nonmagnetic Substrate

2 Nonmagnetic Substrate Layer

3 Magnetic Layer

3a, 3b, 3c Magnetic layer component

3a', 3b', 3c', 3d' Oxidizing zone

4 Protective Coat

5 Fluid Lubrication Agent Layer

---

[Translation done.]

---

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	チーコード* (参考)
G 1 1 B 5/05		G 1 1 B 5/05	4 K 0 2 9
C 2 3 C 14/14		C 2 3 C 14/14	F 5 D 0 0 6
G 1 1 B 5/08		G 1 1 B 5/08	5 D 1 1 2
5/073		5/073	5 E 0 4 9
5/851		5/851	

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 11 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2001-1928(P2001-1928)

(22) 出願日 平成13年1月9日 (2001.1.9)

(31) 優先権主張番号 特願2000-342485(P2000-342485)

(32) 優先日 平成12年11月9日 (2000.11.9)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000005234

富士電機株式会社

神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号

(72) 発明者 及川 忠昭

神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号

富士電機株式会社内

(72) 発明者 上住 洋之

神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号

富士電機株式会社内

(74) 代理人 100077481

弁理士 巻 雄一 (外2名)

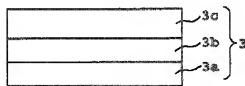
最終頁に続く

## (54) 【発明の名称】 磁気記録媒体およびその製造方法

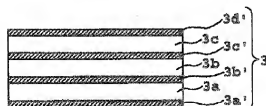
## (57) 【要約】

【課題】 磁気記録の高密度化に伴う非常に高いH<sub>c</sub>と、その高いH<sub>c</sub>を達成するのに必要とされる多量のPt量の減量と、高密度化に伴う媒体ノイズの低下とを達成するグラニューラー磁性層を有する磁気記録媒体の提供。

【解決手段】 非磁性基板上に少なくとも非磁性下地層、磁性層、保護膜、および液体潤滑剤層が順次積層、該磁性層は、強磁性を有する結晶粒とそれを取り巻く非磁性境界とからなる磁性層成分を2層以上積層した積層構造である磁気記録媒体。



(a)



(b)

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 非磁性基板上に少なくとも非磁性下地層、磁性層、保護膜、および液体潤滑剤層が順次積層された磁気記録媒体であって、

前記磁性層は、強磁性を有する結晶粒とそれを取り巻く非磁性粒界とからなる磁性層成分を 2 層以上積層した積層構造であることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項 2】 前記磁性層中の各磁性層成分の組成が異なることを特徴とする請求項 1 に記載の磁気記録媒体。

【請求項 3】 非磁性基板上に少なくとも非磁性下地層、磁性層、保護膜、および液体潤滑剤層が順次積層された磁気記録媒体であって、

前記磁性層は、強磁性を有する結晶粒とそれを取り巻く非磁性粒界とからなる磁性層成分が 2 層以上、および酸化層が 3 層以上からなり、前記磁性層成分と前記酸化層は、一番上の層と一番下の層が酸化層になるように交互に積層されていることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項 4】 前記磁性層成分中の非磁性粒界は、C、R、Co、Si、Al、Ti、Ta、Hf、および Zr よりなる群より選択された少なくとも一つの元素の酸化物または窒化物であることを特徴とする請求項 1 から 3 のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項 5】 前記非磁性下地層は、Cr または Cr 合金からなることを特徴とする請求項 1 から 4 のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項 6】 前記非磁性基盤は、結晶化ガラス、化学強化ガラス、またはプラスチックであることを特徴とする請求項 1 から 5 のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項 7】 非磁性基板上に少なくとも非磁性下地層、磁性層、保護膜、および液体潤滑剤層が順次積層された磁気記録媒体の製造方法であって、(1) 非磁性基板上に、非磁性下地層を積層する工程と、(2) 前記非磁性下地層の上に、強磁性を有する結晶粒とそれを取り巻く非磁性粒界とからなる磁性層成分を複数層設けることによって、磁性層を積層する工程と、(3) 前記磁性層の上に、保護膜を積層する工程と、(4) 前記保護膜の上に、液体潤滑剤層を積層する工程と、を具えることを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 8】 前記磁性層を積層する工程は、異なる組成の磁性層成分を複数設ける工程であることを特徴とする請求項 7 に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 9】 非磁性基板上に少なくとも非磁性下地層、磁性層、保護膜、および液体潤滑剤層が順次積層された磁気記録媒体の製造方法であって、(1) 非磁性基板上に、非磁性下地層を積層する工程と、(2) (i) 酸素を含むガス雰囲気中に暴露させ、酸素に曝された層表面が酸化された酸化層を成膜し、

(i) 強磁性を有する結晶粒とそれを取り巻く非磁性粒界とからなる磁性層成分を成膜し、

(i i) 前記 (i) ~ (i i) を所望する回数繰り返す

し、および (iv) 酸素を含むガス雰囲気中に暴露させ、酸素に曝された層表面が酸化された酸化層を成膜することによって前記非磁性下地層の上に、磁性層を積層する工程と、(3) 前記磁性層の上に、保護膜を積層する工程と、(4) 前記保護膜の上に、液体潤滑剤層を積層する工程と、を具えることを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 10】 前記非磁性基盤を事前に加熱することをせずに前記 (1) から (4) の工程を行うことを特徴とする請求項 7 から 9 のいずれかに記載の磁気記録媒体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、コンピュータの外部記録装置をはじめとする各種磁気記録媒体装置に用いられる磁気記録媒体およびその製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】近年の急速な、より高記録密度で低ノイズな磁気記録媒体の要求に対して、従来から様々な磁性層の組成および構造、ならびに非磁性下地層および Se e d 層の材料などが提案されている。特に、一般にグラニュー磁性層と呼ばれる、磁性結晶粒の周囲を酸化物や窒化物のような非磁性非金属材料で囲んだ構造をもつ磁性層が提案されている。

【0003】例えば、特開平 8-255342 号公報には、非磁性基板上に非磁性膜、強磁性膜、非磁性膜を順次積層した後、加熱処理を行うことにより、非磁性膜中に強磁性の結晶粒が分散したグラニュー磁性層を形成することによって低ノイズ化を図ることが記載されている。この場合の磁性層としてはコバルトまたはコバルトを主成分とする合金が用いられており、非磁性膜としては、金属、酸化物、窒化物、炭素または炭化物などが用いられている。また、USP5, 679, 473 号には、SiO<sub>2</sub> などの酸化物が添加された CoNiPt レジストを用い、RF (radio frequency) スパッタリングを行うことによって磁性結晶粒が、非磁性の酸化物で囲まれて個々に分離した構造をもつグラニュー磁性層が形成でき、高い Hc と低ノイズ化が実現されることが記載されている。

【0004】このようなグラニュー磁性膜は、非磁性非金属材料の粒界相が磁性粒子を物理的に分離するため、磁性粒子間の磁気的な相互作用が低下し、記録ビットの遷移領域に生じるジグザグ磁壁の形成を抑制するので、低ノイズ特性が得られると考えられている。

【0005】記録媒体のノイズの起因は、媒体を構成する磁性粒子のサイズおよび磁気的な粒子間相互作用による磁化の揺らぎである。記録密度の向上にあわせ高 S/N R を維持するためには、1 ビットセル当たりの磁性粒子数を一定値以上に保つこと、つまり磁性粒子の微細化が必要である。しかし、磁性粒子間に大きな交換相互作用

が働く状態では、結晶粒子の微細化が必ずしも磁化反転単位の微細化を意味しないことが多い。このため、活性化磁気モーメントで示される磁化反転単位そのものを小さくするために、粒子間交換相互作用を抑制することもあわせて必要となる。さらに微細化に際し、超常磁性状態に陥らず、高分解能記録に必須の磁気特性 ( $H_c/M_r$  を大きく) が得られるように、磁性粒子自体にある程度大きな磁気異方性エネルギーが必要となる。非磁性マトリクス中に高磁気異方性エネルギーの磁性粒子を分散させるグラニューラー構造の狙いは、高 S/N 化の為に上述の厳しい要求をすべて満足することにある。

【0006】従来用いられていた Co-Cr 系金属磁性膜は、高温で成膜することにより Cr が Co 系磁性粒から析出することで境界に析出し、磁性粒子間の磁氣的相互作用を低減させている。一方、グラニューラー磁性層の場合は、この境界相として非磁性金属の物質を用いるため、従来の Cr に比べて析出し易く、比較的容易に磁性粒の孤立化が促進できるという利点がある。特に、従来の Co-Cr 系金属磁性層の場合は成膜時の基板温度を 200℃以上以上昇させることが Cr の十分な析出に必要不可欠な点に対し、グラニューラー磁性層の場合は加熱なしでの成膜においても、その非磁性金属物質は析出を生じるという利点もある。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、グラニューラー磁性膜を有する磁気記録媒体は所望の磁気特性、特に高保磁力  $H_c$  を実現するために比較的多量の Pt を Co 合金に添加する必要がある。このグラニューラー磁性膜において、一般に 2800 Oe 程度の  $H_c$  を実現するために 16 at % の Pt を必要とし、これに対して、従来の Co-Cr 系金属磁性膜では同程度の  $H_c$  を実現するためには、8 at % 程度の Pt が必要なかである。近年、磁気記録の高密度化に伴い 3200 Oe 以上の非常に高い  $H_c$  がますます要求されていることから、高価な Pt を多量に必要とするグラニューラー磁性膜は、製造コストの増加という面で問題を生じている。また、高密度化に伴い媒体ノイズもさらなる低下が求められる。

【0008】更に、グラニューラー磁性層では、その低膜厚領域 (初期成長領域) で結晶成長が乱れることにより、明瞭なグラニューラー構造を形成していない事から、低  $B_r$  δ (狭帯域東密度×膜厚) における磁気特性および電磁変換特性の劣化の主因となっている。今後の高記録密度を伴った磁性層の低膜厚化が進む中で、このグラニューラー磁性層の初期成長領域における媒体特性および電磁変換特性の劣化を、いかにして解決するかが大きな課題となっている。

【0009】また、基板上のグラニューラー磁性層は非加熱成膜においても、その非磁性金属物質は析出を生じるが、磁性層中における磁化を面内に配向させることが図

難であり、等方性 (ランダム配向) 媒体となり易い。

【0010】

【課題を解決するための手段】上述したような、グラニューラー磁性層に所望の配向性を効果的に付与してグラニューラー磁性層を有する磁気記録媒体の高  $H_c$  化、低ノイズ化、および低コスト化のために鋭意検討した。その結果、所望の配向性を得るためには、磁性層より下の層の配向を制御した上で、磁性層をエピタキシャル成長させる必要が生じる。そこで、磁性層の成膜プロセスを段階的に分割し、磁性層を、複数の磁性層成分から形成されるように多層化することによって、明らかに通常に連続成膜して得られた磁性層 (つまり、1 層の磁性層成分からなる磁性層) を有する磁気記録媒体上に高  $H_c$  化および低ノイズ化が図れることが判った。

【0011】また、多層化した磁性層中の各磁性層成分の上下に酸化層を設けることによって異なる効果が得られることも判明した。

【0012】具体的には、本発明はその磁性層の構成によって、二種類の磁気記録媒体を提供する。本発明の第一の磁気記録媒体は、非磁性基板上に少なくとも非磁性下地層、磁性層、保護膜、および液体潤滑剤層が順次積層されており、前述の磁性層は、強磁性を有する結晶粒とそれを取り巻く非磁性境界とからなる磁性層成分を 2 層以上積層した積層構造である。

【0013】ここで、上述の磁性層中の各磁性層成分の組成が異なるとさらに好ましい。

【0014】また、本発明の第二の磁気記録媒体は、非磁性基板上に少なくとも非磁性下地層、磁性層、保護膜、および液体潤滑剤層が順次積層されており、前述の磁性層は、強磁性を有する結晶粒とそれを取り巻く非磁性境界とからなる磁性層成分が 2 層以上、および酸化層が 3 層以上からなり、該磁性層成分と該酸化層は、一番上の層と一番下の層が酸化層になるように交互に積層されている。

【0015】上述の第一および第二の磁気記録媒体の磁性層成分中の非磁性境界は、Cr、Co、Si、Al、Ti、Ta、Hf、および Zr よりなる群より選択された少なくとも一つの元素の酸化物または窒化物であることが好ましい。

【0016】また、上述した磁気記録媒体の非磁性下地層は、Cr または Cr 合金からなることが好ましく、そして、非磁性基板は、結晶化ガラス、化学強化ガラス、またはプラスチックであってもよい。

【0017】上述した本発明の、非磁性基板上に少なくとも非磁性下地層、磁性層、保護膜、および液体潤滑剤層が順次積層された、第一の磁気記録媒体の製造方法は、(1) 非磁性基板上に、非磁性下地層を積層する工程と、(2) 前述の非磁性下地層の上に、強磁性を有する結晶粒とそれを取り巻く非磁性境界とからなる磁性層成分を、複数層設けることによって、磁性層を積層する

工程と、(3)該磁性層の上に、保護膜を積層する工程と、(4)該保護膜の上に、液体潤滑剤層を積層する工程と、を具える。

【0018】ここで、磁性層を積層する工程は、異なる組成の磁性層成分を複数設ける工程であることが好ましい。

【0019】また、本発明の、非磁性基板上に少なくとも非磁性下地層、磁性層、保護膜、および液体潤滑剤層が順次積層された、第二の磁気記録媒体の製造方法は、

(1)非磁性基板上に、非磁性下地層を積層する工程と、(2)(i)酸素を含むガス雰囲気中に暴露させ、酸素に曝された層表面が酸化された酸化層を成膜し、

(ii)強磁性を有する結晶粒とそれを取り巻く非磁性境界からなる磁性層成分を成膜し、(iii)前記

(i)～(ii)を所望する回数繰り返す、および(iv)酸素を含むガス雰囲気中に暴露させ、酸素に曝された層表面が酸化された酸化膜を成膜することによって前述の非磁性下地層の上に、磁性層を積層する工程と、

(3)該磁性層の上に、保護膜を積層する工程と、

(4)該保護膜の上に、液体潤滑剤層を積層する工程と、を具える。

【0020】また、上述した本発明の磁気記録媒体の製造方法では、非磁性基板を事前に加熱することをせずに前記(4)の工程を行うことができる。

【0021】

【発明の実施の形態】以下、本発明について図1および図2を参照しながらより詳細に説明する。

【0022】図1は、本発明の一例である磁気記録媒体の断面略図を、図2(a)は、本発明の第一の磁気記録媒体に設けられる磁性層の一例の断面略図を、および図2(b)は、本発明の第二の磁気記録媒体に設けられる磁性層の一例の断面略図を示す。

【0023】図1に示す磁気記録媒体は、非磁性基板1の上に非磁性下地層2、磁性層3、および保護膜4が順に形成された構造をしており、その上に液体潤滑剤層5が形成されている。また、図2(a)に示す磁気記録媒体は、磁性層成分3a、3b、および3cが積層された3層構造をしている。図2(b)に示す磁気記録媒体は、各磁性層成分3a～3cが酸化層3a'～3d'にそれぞれはさまれ、3a'、3a、3b'、3b、3c'、3c、および3d'の順に積層された積層構造をしている。

【0024】まず、本発明の第一の磁気記録媒体について説明する。

【0025】非磁性基板1としては、通常の磁気記録媒体用に用いられる、NiPメッキを施したAl合金、強化ガラス、または結晶化ガラスなどを用いることができるほか、本発明では基板加熱を必要としないことから、ポリカーボネート、ポリオレフィンまたはその他の樹脂を射出成形することで作製した基板も用いることができ

る。

【0026】この非磁性基板1の上に、非磁性下地層2を電子ビーム蒸着法やスパッタ法など従来の方法を用いて設ける。この非磁性下地層2は、NiAl、Crなどを含む非磁性体より構成され、CrまたはCr合金を用いることが好ましい。Cr合金としては、CrMo、CrTi、CrV、およびCrW合金などが好ましい。また、非磁性下地層2の膜厚は特に制限されないが、約5nmから約50nmが最適な磁気特性および電磁変換特性を得るためには好ましい。

【0027】次に、非磁性下地層2の上に磁性層3を形成する。第一の磁気記録媒体に形成される磁性層の構成は、図2(a)に示すように多段的に磁性層成膜プロセスを分割して複数の磁性層成分3a～3cを積層した多層構造をしている。各磁性層成分3a～3cは、強磁性を有する結晶粒と、それを取り巻く非磁性境界とからなり、かつ非磁性境界が金属（ここではSiも含める）の酸化物または窒化物からなる、いわゆるグラニューラ磁性層である。このような磁性層成分3a～3cの構造は、例えば非磁性境界を構成する酸化物を含有する強磁性金属をターゲットとして、スパッタリングにより成膜して得られる。または、強磁性金属をターゲットとして酸素を含有するArガス中で反応性スパッタリングにより成膜することによってグラニューラ構造の磁性層成分3a～3cを得ることができるが、これらに制限されない。

【0028】強磁性を有する結晶を構成する材料としては、CoPt系合金が好適に用いられるが、これに限定されない。特に、CoPt合金にCr、Ni、およびTaよりなる群から少なくとも1つ選択された元素を添加することが、媒体ノイズの低減のために望ましい。一方、非磁性境界を構成する材料としては、Cr、Co、Si、Al、Ti、Ta、Hf、およびZrよりなる群から少なくとも1つ選択された元素の酸化物または窒化物を用いることが、安定なグラニューラ構造を形成するために、特に好ましい。

【0029】多層構造の磁性層3の膜厚は特に制限されるものでなく、記録再生時に十分なヘッド再生出力を得るための膜厚が必要とされ、合計の厚さが従来の（一層からなる）連続膜での所望の厚さと同程度となることが望ましい。

【0030】また、各磁性層成分は同じ組成でもよいが、特に、各磁性層成分中の酸化物（窒化物）濃度を変えらるなどして、異なる組成を有しているほうが好ましい特性が得られる。

【0031】図2(a)の磁性層は、3層の磁性層成分から形成されているが、本発明は、2層以上の磁性層成分から形成された磁性層を有する磁気記録媒体であらばよい。

【0032】次いで、該磁性層3の上に保護膜4、およ

7

液体潤滑剤層 5 を順次形成する。保護膜 4 および液体潤滑剤層 5 としては、従来のものを用いることができる。例えば保護膜 4 としては、カーボン为主体とする薄膜が用いられ、液体潤滑剤層 5 としてはパーフルオロポリエーテル系の潤滑剤を用いることができるが、これに限定されない。保護膜 4 は、スパッタ法などの従来の方法を用いて成膜することができ、液体潤滑剤層 5 は、液体潤滑剤を塗布するなど従来の方法を用いて成膜することができる。

【0033】このようにして、本発明の第一の磁気記録媒体が得られる。

【0034】第二の磁気記録媒体は、図 2 (b) に示すように、磁性層の構成が第一の磁気記録媒体の磁性層の構成と異なるが、それ以外の点は全て第一の磁気記録媒体に説明した通りである。第二の磁気記録媒体に形成される磁性層 3 は、図 2 (b) に示すように、磁性層成分 3 a ~ 3 c が酸化層 3 a' ~ 3 d' に挟まれた構造を有している。磁性層成分は第一の磁気記録媒体の場合と同様に形成される。酸化層は、磁性層成分 3 a の成膜前および各磁性層成分 3 a ~ 3 c の成膜後に酸素を含有するガス雰囲気中、例えば Ar-10%O<sub>2</sub> ガスに媒体を暴露するプロセスを行う事で、露された層の表面が酸化されることによって形成される。

【0035】第二の磁気記録媒体に形成される磁性層 3 の磁性層成分の各材料、および磁性層 3 の厚さは、第一の磁気記録媒体に形成される磁性層 3 で説明した通りである。

【0036】また、第一の磁気記録媒体に形成される磁性層 3 の場合と同様に、各磁性層成分は同じ組成でもよいが、特に、各磁性層成分中の酸化物（窒化物）濃度を変えるなどして、異なる組成を有しているほうが好ましい特性が得られる。

【0037】磁性層成分および酸化層のそれぞれの厚さは特に限定はないが、磁性層 3 の膜厚、つまり全ての磁性層成分および酸化層の合計の厚さが、従来の連続膜での膜厚とほぼ同等となることが望ましい。

【0038】なお、図 2 (b) の磁性層は、3 層の磁性層成分および 4 層の酸化層が交互に積層されることによって形成されているが、本発明は、2 層以上の磁性層成分と 3 層以上の酸化層、詳しくは、2 層以上の磁性層成分と該磁性層成分より 1 層多い酸化層からなり、磁性層中の一番上の層と一番下の層が酸化層になるように磁性層成分と酸化層が交互に積層された構成をしていけばよい。

【0039】このようにして本発明の、高 Hc、低ノイズ、および低コスト化が可能となった磁気記録媒体を得ることができる。ここで、この磁気記録媒体の特徴である磁性層の多層構造化および酸化層付与の効果について述べる。

【0040】ノイズの原因として、通常の長手記録の場

8

合、磁化が面内水平方向に正確に配向している場合に比べて垂直方向への磁化成分が大きいと、ノイズの原因となる。一般に磁性層膜厚が厚くなると、磁化は垂直方向に配向しやすくなる。そこで本発明では磁性層を多層化する、つまり形成する一つ一つの膜（磁性層成分）を薄くすると、その構成膜は面内配向がより促進され、磁性層全体として磁化の垂直成分は低減させ（低ノイズ化）、高 Hc 化につながった。

【0041】また、本発明の複数の磁性層成分を積層したグラニューラー磁性層は、最上層の磁性層成分中の強磁性結晶の結晶粒および酸化物粒界のエピタキシャル成長を助長する。そしてさらに、最上層の磁性層成分直下のグラニューラー磁性層成分自身における結晶粒向上や結晶粒径の微細化も図られ、その結果としてより好ましく磁性層の配向性を制御する。

【0042】上述したとおり、本発明では、各磁性層成分の組成を変える、例えば酸化物（窒化物）濃度を変えて、異なる組成の磁性層成分を積層させたほうがより好ましい。

【0043】具体的には、グラニューラー磁性膜では、粒界析出を促すように添加酸化物（窒化物）量を増加させると、低ノイズ化に必要とされる結晶性の制御化が得られる。しかし、逆に酸化物（窒化物）量を増加した場合には、下地層などからのエピタキシャル成長が阻害ものとなる。

【0044】そこで、磁性層中の最上層の磁性層成分は、磁気特性および電磁変換特性の優れた組成を有し、最上層の磁性層成分より下層の磁性層成分では、最上層の磁性層成分をきいてエピタキシャル成長させることで、磁性層直下にある層（下地層など）との格子整合を助長する目的で付与させる。つまり、最上層のグラニューラー磁性層成分は、酸化物（窒化物）を増加させた低ノイズ化が図れるグラニューラー膜を用い、磁性層の下層の磁性層成分には、エピタキシャル成長を助長させるために、酸化物（窒化物）量を減らしつつ、Pt、Cr を増減させたグラニューラー膜を形成する。CoCr 系合金では、Pt および Cr 量の増加に伴って、格子定数も増大することから、最上層のグラニューラー磁性層成分の組成、または下地層などの磁性層の下に形成される各々の層のミスフィットを考えながら、適宜変更することができる。

【0045】また、磁性層の直下にあたる層（下地層）と磁性層の最上層の磁性層成分との間に形成する磁性層成分を積層化することによって、ミスフィットなどの格子整合がより容易になる。

【0046】また、グラニューラー磁性層に関しては、強磁性を有する結晶粒の粒界への析出を担っているのは酸化物である為、酸素量が析出構造の促進に強く影響する。本発明の第二の磁気記録媒体では、その酸素の提供元は、磁性層ターゲットに添加した酸化物としての酸素

と、磁性層成分の上下に付与した酸化層からの酸素供給も行われる。

【0047】本発明の第二の磁気記録媒体では、磁性層中の各磁性層成分の成膜時において、各磁性層成分の前後にO<sub>2</sub>ガスを含む雰囲気暴露すること、酸化層が各磁性層成分の上下に形成される。この酸化層の付与により、より効果的にグラニューラ磁性膜中に酸素が供給され、それに従った偏析構造の促進により、磁性粒子間の相互作用が低減され低ノイズ化および高H<sub>c</sub>化につながった。

【0048】よって、従来よりも少量のPtを含むのみでも高H<sub>c</sub>および低ノイズ化が可能となり、低コスト化が達成される。

【0049】さらに、このようにして上述したような積層構造を有する本発明の磁気記録媒体は、その製造工程に従来の磁気記録媒体のような基板加熱工程を省略しても、高いH<sub>c</sub>化と低媒体ノイズ化を図る事が可能となり、製造工程の簡略化に伴う製造コストの低下も図ることができる。

【0050】さらに、従来のA1やガラス基板以外にも、安価なプラスチックを基板として使用することも可能となる。

【0051】

【実施例】以下に、本発明の磁気記録媒体において実施例および比較例によって、より具体的に説明する。

【0052】【実施例1】非磁性基板1として、表面が平滑な化学強化ガラス基板(HOYA社製N-10ガラス基板)を用い、これを洗浄後スパッタ装置内に導入し、基板の加熱を行わずにArガス圧50mTorr下で、Moを含むCr合金のターゲットを用いたDCマグネトロンスパッタ法によってCr-20at%Mo(Moを20at%含むCr合金)からなる膜厚15nmの非磁性下地層2を形成した。

【0053】次いで、Arガス圧30mTorr下で、SiO<sub>2</sub>を7mol%添加したCo-10at%Cr-14at%Ptの組成のターゲットを用いてRFスパッタ法によって、ターゲットと同じ組成で膜厚10nmのグラニューラ磁性層成分3aを形成した。引き続き、同じ条件下で膜厚10nmのグラニューラ磁性層成分3bを形成し、磁性層3の2層化を行った。

【0054】次いで、スパッタ法により、磁性層3の上に膜厚10nmのカーボン保護膜4を積層し、真空中のスパッタ装置内から取り出した。

【0055】そして、パーフルオロポリエーテルよりなる液体潤滑剤を、カーボン保護膜4上に塗布し、膜厚1.5nmの液体潤滑剤層5を形成した。

【0056】このようにして、図1に示すような磁気記録媒体を製造した。

【0057】なお、上述した成膜に先立って非磁性基板1の加熱は行っていない。

【0058】得られた磁気記録媒体の磁気特性について、保磁力H<sub>c</sub>および残留磁束密度×膜厚積Brδを振動試料型磁気計(VSM)を用いて測定した。また電磁変換特性については、GMRHヘッドを用いてスピントラントスターにて、孤立再生波形の再生出力TAA、線記録密度20kFCIにおける媒体ノイズおよびSNR(対信号雑音比)値を測定した。

【0059】表1に積層構造の組成を、表2に特性を示す測定結果を示す。

【0060】【実施例2】各膜厚約6.7nmである磁性層成分3a、3b、および3cを3層積層し、合計膜厚20nmの磁性層3(図2(a))を設けることを除いて実施例1と同様の方法を用いて図1に示す磁気記録媒体を得た。

【0061】得られた磁気記録媒体の磁気特性および電磁変換特性について、実施例1と同様にして測定をした。

【0062】本実施例の磁気記録媒体の積層構造を表1に、特性を表す測定結果を表2に示す。

【0063】【実施例3】各膜厚5nmである磁性層成分を4層積層し、合計膜厚20nmの磁性層3を設けることを除いて実施例1と同様の方法を用いて図1に示す磁気記録媒体を得た。

【0064】得られた磁気記録媒体の磁気特性および電磁変換特性について、実施例1と同様にして測定をした。

【0065】本実施例の磁気記録媒体の積層構造を表1に、特性を表す測定結果を表2に示す。

【0066】【実施例4】磁性層成分3aを成膜する前、および各磁性層成分3a、3b、および3cを成膜したそれぞれの後に、Ar-10%O<sub>2</sub>ガスの10mTorr雰囲気中に10秒間暴露して酸化層3a'、3b'、3c'、および3d'を各磁性層成分の上下に設けた磁性層3(図2(b))を形成することを除いて、実施例2と同様の方法を用いて図1に示す磁気記録媒体を得た。

【0067】得られた磁気記録媒体の磁気特性および電磁変換特性について、実施例1と同様にして測定をした。

【0068】本実施例の磁気記録媒体の積層構造を表1に、特性を表す測定結果を表2に示す。

【0069】【比較例1】磁性層3が膜厚20nmの磁性層成分1層のみからなることを除いて、実施例1と同様の方法を用いて磁気記録媒体を得た。

【0070】得られた磁気記録媒体の磁気特性および電磁変換特性について、実施例1と同様にして測定をした。

【0071】本比較例の磁気記録媒体の積層構造を表1に、特性を表す測定結果を表2に示す。

【0072】【実施例5】磁性層3を得るために、Si

Nを12mol%添加したCo-10at%Cr-14at%Ptの組成のターゲットを用いてターゲットと同じ組成のグラニューラー磁性層成分3aおよび3bを形成することを除いて、実施例1と同様にして図1に示す磁気記録媒体を得た。

【0073】得られた磁気記録媒体の磁気特性および電磁変換特性について、実施例1と同様にして測定をした。

【0074】本実施例の磁気記録媒体の積層構造を表1に、特性を示す測定結果を表2に示す。

【0075】【実施例6】磁性層成分を形成するためのターゲットの組成を、SiNを12mol%添加したCo-10at%Cr-14at%Ptとして磁性層3（図2(a)）を設けることを除いて、実施例2と同様にして図1に示す磁気記録媒体を得た。

【0076】得られた磁気記録媒体の磁気特性および電磁変換特性について、実施例1と同様にして測定をした。

【0077】本実施例の磁気記録媒体の積層構造を表1に、特性を示す測定結果を表2に示す。

\*20 【表1】

	組成	磁性層		
		磁性層成分積層数	磁性層成分膜厚(nm)	酸化層
実施例1	Co-10Cr-14Pt-7SiO <sub>2</sub>	2	10	無
実施例2	Co-10Cr-14Pt-7SiO <sub>2</sub>	3	6.7	無
実施例3	Co-10Cr-14Pt-7SiO <sub>2</sub>	4	5	有
実施例4	Co-10Cr-14Pt-7SiO <sub>2</sub>	3	7	有
比較例1	Co-10Cr-14Pt-7SiO <sub>2</sub>	1	20	無
実施例5	Co-10Cr-14Pt-12SiN	2	10	無
実施例6	Co-10Cr-14Pt-12SiN	3	6.7	無
実施例7	Co-10Cr-14Pt-12SiN	3	7.1	有
比較例2	Co-10Cr-14Pt-12SiN	1	20	無

【0085】

※ 【表2】

	H <sub>c</sub> (Oe)	B <sub>r</sub> δ (Gμm)	再生出力 (mVp-p)	媒体ノイズ μV	SNR dB
実施例1	3142	60	0.70	24.3	22.7
実施例2	3272	63	0.71	22.5	22.9
実施例3	3290	59	0.69	22.0	23.2
実施例4	3492	60	0.67	18.9	23.9
比較例1	3068	59	0.71	29.2	21.7
実施例5	2982	61	0.70	26.4	22.2
実施例6	3146	59	0.69	24.1	22.5
実施例7	3331	60	0.70	20.2	23.3
比較例2	2765	62	0.72	31.4	21.2

【0086】図3に実施例1から4および比較例1より得られた各磁気記録媒体の保磁力H<sub>c</sub>を示し、図4に実施例1から4および比較例1より得られた各磁気記録媒体のSNR（対信号ノイズ比）を示し、磁性層成分の積層枚数によるH<sub>c</sub>およびSNRの依存性を調べた。

【0087】図3、図4、および表2より、磁性層成分

\* 【0078】【実施例7】磁性層成分を形成するためのターゲットの組成を、SiNを12mol%添加したCo-10at%Cr-14at%Ptとして磁性層3（図2(b)）を設けることを除いて、実施例4と同様にして図1に示す磁気記録媒体を得た。

【0079】得られた磁気記録媒体の磁気特性および電磁変換特性について、実施例1と同様にして測定をした。

【0080】本実施例の磁気記録媒体の積層構造を表1に、特性を示す測定結果を表2に示す。

【0081】【比較例2】磁性層3が膜厚20nmの磁性層成分1層のみからなることを除いて、実施例5と同様の方法を用いて磁気記録媒体を得た。

【0082】得られた磁気記録媒体の磁気特性および電磁変換特性について、実施例1と同様にして測定をした。

【0083】本比較例の磁気記録媒体の積層構造を表1に、特性を示す測定結果を表2に示す。

【0084】

【表1】

の積層枚数を増加するに従い、保磁力H<sub>c</sub>およびSNRが向上したことが判る。

【0088】そして、磁性層成分が1層から構成される磁性層3を有する磁気記録媒体（比較例1）と比べ、磁性層成分を2層以上積層した磁性層3を有する磁気記録媒体（実施例1〜4）は、H<sub>c</sub>が500Oe以上、多くて

4000e以上向上しており、SNRは、1.0dB以上、多くて2.2dBの向上が見られる。

【0089】また、積層した磁性層成分の成膜前後にAr-10%O<sub>2</sub>ガスに暴露するプロセスを加えた磁気記録媒体（実施例4）は、これを加えていないもの（実施例2）と比べ、保磁力H<sub>c</sub>およびSNRが更に向上した。これは、前述したように、酸化層が形成されたことにより、グラニューラ磁性膜へ効果的に酸素が供給され、磁性層の偏折構造がさらに促進された結果によるものである。こうした理由から、酸化層を形成した磁気記録媒体では、酸化層無しの磁気記録媒体に比べ、保磁力H<sub>c</sub>が2000e以上、そしてSNRが1.0dB向上した。

【0090】磁性層を積層構造化することにより、一層一層としての磁性層成分の膜厚は薄くなる。一般に磁性層の膜厚が大きいほど、磁化は垂直に配向し易くなるため、本発明における合計膜厚を変えずに積層化を行うことにより、薄膜化された各磁性層成分を積層することになるため、磁化の面内配向性がよりなり、諸特性が向上したと思われる。

【0091】さらに、磁性層の組成において、その非磁性粒界を形成する材料として、酸化物（SiO<sub>2</sub>）の代わりに窒化物（SiN）を用いた場合（実施例5〜7および比較例2）にも同様の結果が得られた。

【0092】【実施例8】非磁性基板1として、表面が平滑なポリオレフィン基板を用い、これを洗浄後スパッタ装置内に導入し、基板の加熱を行わずにArガス圧5.0mTorrで、Moを含むCr合金のターゲットを用いたDCマグネトロンスパッタ法によってCr-20at%Mo（Moを20at%含むCr合金）からなる膜厚15nmの非磁性下地層2を形成した。

【0093】次いで、Arガス圧30mTorrで、SiO<sub>2</sub>を7mol%添加した71at%Co-10at%Cr-12at%Ptの組成のターゲットを用いてRFスパッタ法によって、ターゲットと同じ組成で膜厚10nmのグラニューラ磁性層成分3aを形成した。引き続き、同じ条件下でSiO<sub>2</sub>を10mol%添加した66at%Co-10at%Cr-14at%Ptの組成のターゲットを用いて、ターゲットと同じ組成で膜厚10nmのグラニューラ磁性層成分3bを形成し、磁性層3の2層化を行った。

【0094】次いで、スパッタ法により、磁性層3の上に膜厚10nmのカーボン保護膜4を積層して、真空中のスパッタ装置内から取り出した。

【0095】そして、パーフルオロポリエーテルよりなる液体潤滑剤を、カーボン保護膜4上に塗布し、膜厚1.5nmの液体潤滑層を形成した。

【0096】このようにして、図1に示すような磁気記録媒体を製造した。

【0097】なお、上述した成膜に先立って非磁性基板

1の加熱は行っていない。

【0098】表3に、磁性層の各磁性層成分の組成、および磁性層成分の積層数を示す。

【0099】本実施例では、下地層のCr合金（体心立方格子bcc）の配向性は、良質な（200）配向を得ることができている。その上にグラニューラ磁性層Cの磁化容易軸が（六方最密充填構造hcp）の（110）配向にエピタキシャル成長させるように試みている。

【0100】本実施例における効果は、最上層のグラニューラ磁性層成分（3b）におけるX線回折ピーク強度比と（110）ピークにおけるロッギングカーブ（配向分散）測定による半値幅で表し、この半値幅の大小はエピタキシャル成長の促進具合に反映される。このX線回折ピーク強度比が大きい程、結晶性に優れており、ロッギングカーブの半値幅が小さい程、良好なエピタキシャル成長が得られている。

【0101】得られた磁気記録媒体について、X線回折ピーク強度比およびロッギングカーブ半値幅を測定し、結果を表4に示した。X線回折ピーク強度比は、X線回折測定装置において、粉末X線回折測定法（θ-2θ測定法）で行い、ロッギングカーブ半値幅は、試料台（θ）を固定し、ディテクター（2θ）を可動させた時のX線プロファイルの半値幅を測定したものである。

【0102】また、得られた磁気記録媒体の磁気特性について、水平方向と垂直方向の保磁力H<sub>c</sub>および残留磁束密度×膜厚積B<sub>r</sub>δを振動試料型磁力計（VSM）を用いて測定した。また電磁変換特性については、GMRヘッドを用いてスピンドルシステムで、孤立再生波形の再生出力TAA、線記録密度120kFCIにおけるSNR（対信号雑音比）値を測定した。測定結果を表5に示す。

【0103】【実施例9】SiO<sub>2</sub>を5mol%添加した75at%Co-10at%Cr-10at%Ptの組成のターゲットを用いて、ターゲットと同じ組成で膜厚7nmの磁性層成分3aを形成し、SiO<sub>2</sub>を7mol%添加した71at%Co-10at%Cr-12at%Ptの組成のターゲットを用いて、ターゲットと同じ組成で膜厚7nmの磁性層成分3bを形成し、そしてSiO<sub>2</sub>を10mol%添加した66at%Co-10at%Cr-14at%Ptの組成のターゲットを用いて、ターゲットと同じ組成で膜厚7nmの磁性層成分3cを形成し、磁性層の3層化を行った以外は、実施例8と同様にして図1に記載の磁気記録媒体を得た。

【0104】本実施例は、実施例8と同様、下地層のCr合金（体心立方格子bcc）の配向性は、良質な（200）配向を得ることができている。その上にグラニューラ磁性層Cの磁化容易軸が（六方最密充填構造hcp）の（110）配向にエピタキシャル成長させるように試みている。

【0105】得られた磁気記録媒体について、実施例8と同様にX線回折ピーク強度比およびロッギングカーブ半値幅を測定し、結果を表4に示した。水平方向と垂直方向の保磁力および残留磁束密度×膜厚積 $B_r \delta$ 、ならびにSNRについても、実施例8と同様に測定し、表5に示した。

【0106】【比較例3】 $\text{SiO}_2$ を10mol%添加した66at%Co-10at%Cr-14at%Ptの組成のターゲットを用いて、ターゲットと同じ組成で膜厚20nmの単層からなる磁性層を形成した以外は、実施例8と同様に磁気記録媒体を製造した。

【0107】得られた磁気記録媒体について、実施例8と同様にX線回折ピーク強度比とロッギングカーブ半値幅を測定し、結果を表3に示し、水平方向と垂直方向\*

\* 向の保磁力および残留磁束密度×膜厚積 $B_r \delta$ 、ならびにSNRについて測定し、表4に示した。

【0108】

【表3】

	磁性層	
	組成	膜厚 $\delta$
実施例8	Co-10Cr-12Pt-78SiO <sub>2</sub> Co-10Cr-14Pt-10SiO <sub>2</sub>	2
実施例9	Co-10Cr-10Pt-68SiO <sub>2</sub> Co-10Cr-12Pt-78SiO <sub>2</sub> Co-10Cr-14Pt-10SiO <sub>2</sub>	3
比較例3	Co-10Cr-14Pt-10SiO <sub>2</sub>	1

【0109】

【表4】

	ピーク強度比 $I(110)/I(101)$	ロッギングカーブ 半値幅 (deg)	コメント
実施例8	2~3	12	(110)優先配向 (エピタキシャル成長が不完全)
実施例9	>10	4	強い(110)配向 (良好なエピタキシャル成長)
比較例3	<1	30	ランダム配向 (エピタキシャルしていない)

【0110】

※ ※ 【表5】

	水平方向		垂直方向		SNR (dB)
	H c (G)	$B_r \delta$ (G $\mu$ m)	H c (G)	$B_r \delta$ (G $\mu$ m)	
実施例8	319.5	6.1	99.9	1.1	22.7
実施例9	22.7	6.8	8.8	4	22.7
比較例3	29.4	5.9	27.9	8.8	21.5

【0111】表4をみると、グラニュー磁性層が単層である比較例3では、磁性層の配向は、特に優先配向が見られないランダム配向であり、またロッギングカーブの半値幅が大きいことから、下地Cr合金(200)方向にエピタキシャル成長していないことがわかる。

【0112】長手記録の場合は、磁性層Co(六方最密充填構造hcp)のc軸を面内配向させることが望ましく、一般に、下地Cr合金(体心立方格子bcc)の配向が(200)面に優先配向となっていれば、磁性層Coの磁化容易軸がhcp(110)面の面内配向がエピタキシャル成長するものである。

【0113】一方、実施例8の二層化したグラニュー磁性層においては、下層の磁性層成分に、上層の磁性層成分よりも結晶粒が小さく、かつミスフィットも小さい組成を形成したことで、下層の磁性層成分による上下層界面との格子整合性がよくなり、上層の磁性層成分の配向性は、Coの磁化容易軸がhcp(110)優先配向となり、かつロッギングカーブ半値幅も、比較例3より大きく改善されエピタキシャル成長が進んでいることがわかる。

【0114】また、実施例8よりもさらに、結晶粒とミスフィットが小さい組成の磁性層成分を1層多く積層し

た実施例9では、より緻密に格子整合の助長を制御することにより、最上層の磁性層成分におけるCoの磁化容易軸がhcp(110)配向となるように強く現れる。そして、さらにロッギングカーブの半値幅も非常に小さな値が得られていることから、積層化の効果がより顕著であった。

【0115】表5をみると、比較例3では磁性層の配向性が制御されてなく、Co-c軸配向がランダム配向であることから、垂直方向の保磁力が大きくなると同時に、境界層構造も充分でないで、媒体ノイズも大きく、その結果SNRは劣化している。

【0116】しかし、ある程度下層からのエピタキシャル成長が進んだ、実施例8および9では、垂直方向の保磁力が非常に小さい値になっていることから磁性層の積層効果が明らかとなった。またその結果、層析構造が促進された事による媒体ノイズの低下及び、垂直磁化成分が起因するノイズの低減によりSNRが向上している。

【0117】

【発明の効果】これまでの1層からなる連続したグラニュー磁性層に比べ、グラニュー構造の各磁性層成分を積層することで、磁性層の配向性を制御できると同時

に、結晶性に優れ、かつ配向分散の少ない磁性層を得ることができ、磁性層を連続成膜した磁気記録媒体以上の高Hc化および低ノイズ化を実現することができる。さらに加えて、同発明の効果による磁性層ターゲット中のPt量を減らしても、高Hcが容易に得られることから、低Pt量化、つまり低コスト化を伴った、更なる低ノイズ化が可能となる。

【0118】また、グラニュー磁性層中の非磁性金属物質として、Cr、Co、Si、Al、Ti、Ta、Hf、およびZrよりなる群から選択される少なくとも1つの元素の酸化物を用いること、グラニュー磁性層中の強磁性を有する結晶として、CoPt合金にCr、Ni、およびTaよりなる群から選択される少なくとも1つの元素を添加した合金を用いること、そして、非磁性下地層としてCrまたはCr合金を用いることでさらに、上述した磁性層の積層構造化の効果を高めることが可能となる。

【0119】また、この磁性層の積層構造化により、本発明の媒体を成膜するにあたっては基板加熱およびバイアス印加を行わなくても、磁性層における磁性結晶粒径20や粒界面析などから起因する媒体ノイズや、磁化の垂直成分に起因するノイズを低減することが可能となり、容易に高Hcが得られることから、従来のAlまたはガラ\*

\*ス基板以外にも安価なプラスチックを基板として使用することも可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一例である磁気記録媒体の断面略図を示す図である。

【図2】本発明の一例である磁気記録媒体の磁性層の断面略図を示す図であり、(a)は、複数の磁性層成分からなる、本発明の第一の磁気記録媒体の一例である磁性層、および(b)は複数の磁性層成分と各磁性層成分の上下に酸化層を設けた、本発明の第二の磁気記録媒体の一例である磁性層を示す図である。

【図3】磁性層中の磁性層成分の枚数の変化に伴う保磁力Hcの変化を示す図である。

【図4】磁性層中の磁性層成分の枚数の変化に伴うSNRの変化を示す図である。

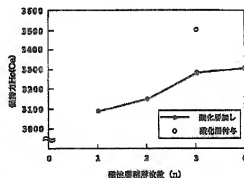
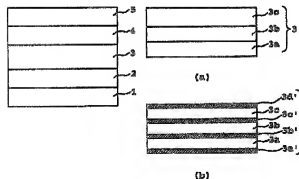
【符号の説明】

- 1 非磁性基板
- 2 非磁性下地層
- 3 磁性層
- 3a、3b、3c 磁性層成分
- 3a'、3b'、3c'、3d' 酸化層
- 4 保護膜
- 5 液体潤滑剤層

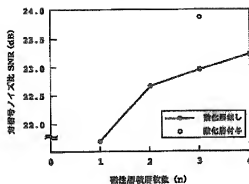
【図1】

【図2】

【図3】



【図 4】



フロントページの続き

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>

H01F 10/08

// H01F 10/16

識別記号

F I

H01F 10/08

10/16

テーマワード (参考)

(72) 発明者 清水 貴宏

神奈川県川崎市川崎区田辺新田 1 番 1 号

富士電機株式会社内

(72) 発明者 滝澤 直樹

神奈川県川崎市川崎区田辺新田 1 番 1 号

富士電機株式会社内

F ターム (参考) 4X029 AA09 AA11 BA21 BB02 BD11

CA05 DC04

5D006 BB07 BB08 CA01 CB04 FA09

5D112 AA05 AA06 AA11 BB06 BD01

5E049 AA04 AA09 AC05 BA06